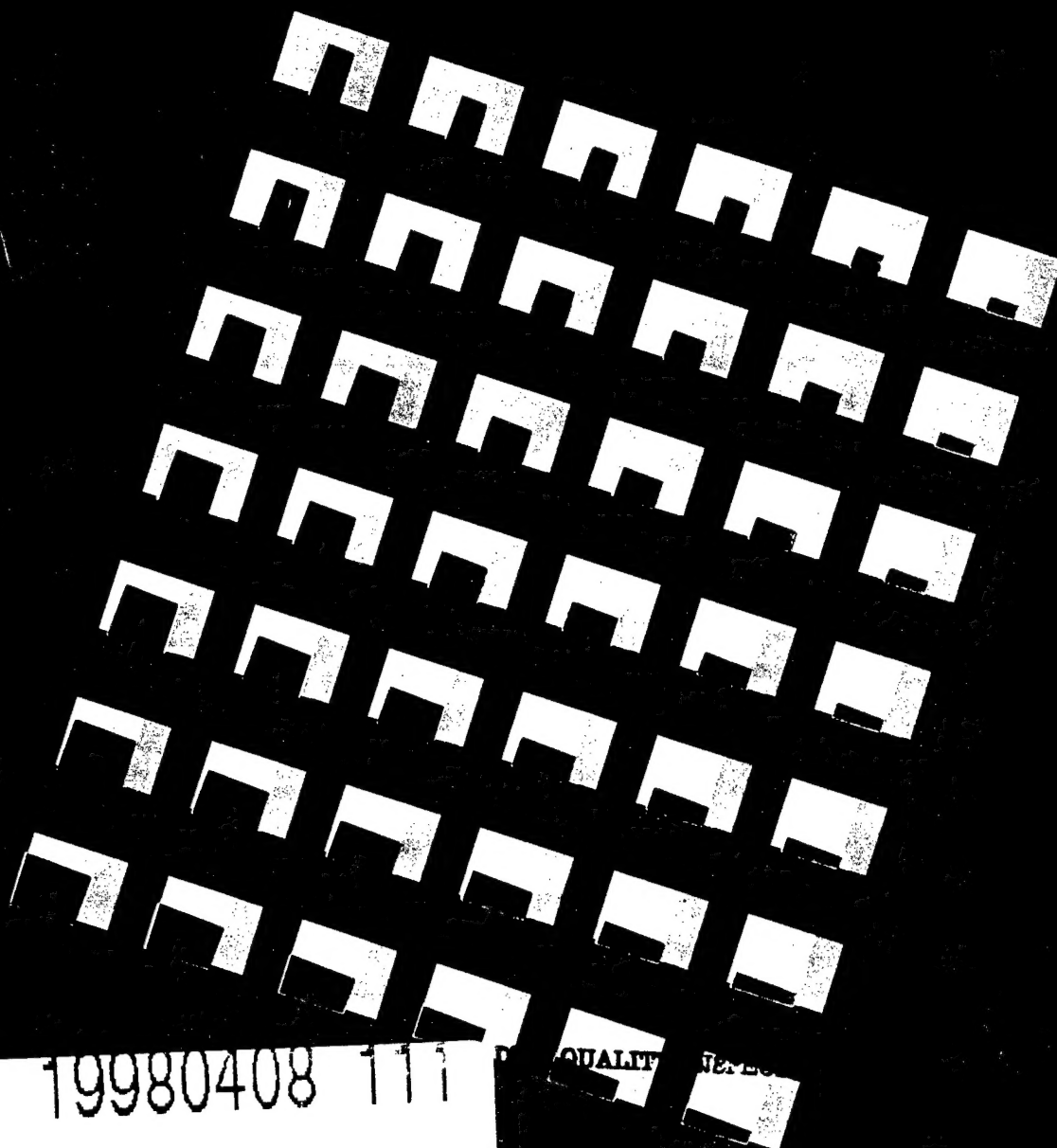


TNO-rapport  
PML 1997-A55

# Onderzoek naar de variatie van mechanische eigenschappen van HTPB PBX'en

TNO Prins Maurits Laboratorium



19980408 111



TNO-rapport  
PML 1997-A55

## Onderzoek naar de variatie van mechanische eigenschappen van HTPB PBX'en

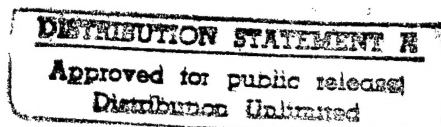
TNO Prins Maurits Laboratorium

Lange Kleiweg 137  
Postbus 45  
2280 AA Rijswijk

Telefoon 015 284 28 42  
Fax 015 284 39 58

Datum  
december 1997

Auteur(s)  
Ir. J.H.G. Scholtes



Rubricering  
Vastgesteld door : Ing. J.A. van Gool  
Vastgesteld d.d. : 7 oktober 1997

Titel : Ongerubriceerd  
Managementuittreksel : Ongerubriceerd  
Samenvatting : Ongerubriceerd  
Rapporttekst : Ongerubriceerd

Alle rechten voorbehouden.  
Niets uit deze uitgave mag worden vermenigvuldigd en/of openbaar gemaakt door middel van druk, fotokopie, microfilm of op welke andere wijze dan ook, zonder voorafgaande toestemming van TNO.

Indien dit rapport in opdracht werd uitgebracht, wordt voor de rechten en verplichtingen van opdrachtgever en opdrachtnemer verwezen naar de Algemene Voorwaarden voor Onderzoeksopdrachten aan TNO, dan wel de betreffende terzake tussen de partijen gesloten overeenkomst. Het ter inzage geven van het TNO-rapport aan direct belanghebbenden is toegestaan.

Exemplaar nr. : 12  
Oplage : 22  
Aantal pagina's : 23 (excl. RDP & distributielijst)  
Aantal bijlagen : -

© 1997 TNO

DTIC QUALITY INSPECTED 8

TNO Prins Maurits Laboratorium is onderdeel van de hoofdgroep TNO Defensieonderzoek waartoe verder behoren:

TNO Fysisch en Elektronisch Laboratorium  
TNO Technische Menskunde



Nederlandse Organisatie voor toegepast-natuurwetenschappelijk onderzoek TNO

## Managementuittreksel

Titel : Onderzoek naar de variatie van mechanische eigenschappen van HTPB PBX'en  
Auteur(s) : Ir. J.H.G. Scholtes  
Datum : december 1997  
Opdrachtnr. : A95KL483  
Rapportnr. : PML 1997-A55

Voor de ontwikkeling van Minder-Kwetsbare Munitie (MKM) is de toepassing van minder-gevoelige springstoffen en kruiden van groot belang. Algemeen wordt de gevoeligheid explosieve stoffen sterk beïnvloed door de mechanische eigenschappen van het materiaal. Zo wordt de gevoeligheid van het explosieve stof voor onder andere schokinitiatie, kogel-/scherfinslag (XDT), DDT en opwarming (Cook-off) in hoge mate bepaald door zijn mechanische eigenschappen.

Uit mechanische testen en de eerste resultaten van de Friability-test blijkt dat de mechanische eigenschappen van de op het TNO Prins Maurits Laboratorium (TNO-PML) ontwikkelde kruiden en PBX'en, minder goed zijn dan verwacht. De gebruikte HTPB-binder in combinatie met andere factoren, zoals de hoeveelheid weekmaker, het percentage vaste stof en de gebruikte verdeling van de deeltjes-grootte, bepalen in grote mate de mechanische eigenschappen van de uiteindelijke HTPB-compositie. Aangenomen wordt dat de bindercompositie van deze kruiden en PBX'en nog niet optimaal gekozen is.

In het kader van de opdracht A95KL483 is onderzoek verricht aan de verbetering van de mechanische eigenschappen van de bestaande HTPB-composities door toepassing van zogenaamde ketenverlengers. De nieuwe composities zijn onderworpen aan vier verschillende testen, een mechanische-sterkte test, de Friability-test, de Gap-test en de TNO-SCB-test. De uniaxiale trekproef of drukproef dient om de mechanische eigenschappen vast te leggen, de Friability-test om het brandgedrag na beschadiging te bepalen, de TNO-Gap-test om de schokgevoeligheid te bepalen en de TNO-SCB-test om na te gaan hoe de stof reageert op een thermische belasting.

Er is een aantal batches met binders en explosieve composities gemaakt met RDX/HTPB/IPDI, de ketenverlenger TMHD (Trimethyl-hexaandiol) en verschillende percentages weekmaker (IDP). Bij menging was reeds duidelijk dat door de toevoeging van de ketenverlenger de eigenschappen van de PBX'en veranderen. Bij een vaste stofgehalte van 85% was de compositie niet meer verwerkbaar. Bij de toevoeging van 15 procent weekmaker (IDP) en een vaste stofgehalte van 80% was de compositie nog net verwerkbaar. Twee PBX-composities met een

vaste stofgehalte van 80% en respectievelijk 15 en 30% weekmaker (IDP) zijn getest.

Uit de mechanische testen blijkt dat de mechanische eigenschappen sterk verschillen van de referentie PBX, RU81, zonder TMHD. De stijfheid en de sterkte zijn toegenomen, maar de nieuwe composities zijn erg stijf ten opzicht van de referentie. Hoe dit uitwerkt op de verschillende testen is ook nog niet volledig duidelijk. De rek van compositie RU120 met 30% weekmaker (IDP) had bij kamertemperatuur eveneens een zeer goede rek maar de rek liet het bij -40 °C afweten. Dit zal voor het stijvere PBX RU119 nog sterker gelden. Helaas konden van deze PBX geen trekstaven gemaakt worden door de slechtere verwerkbaarheid van deze compositie.

Op het eerste gezicht blijkt de hogere stijfheid en sterkte een goede invloed te hebben op de resultaten in de Friability-test. Helaas zijn voor de referentiecompositie RU81 nog geen waarden uit de Friability-test beschikbaar. Worden de waarden echter vergeleken met resultaten van een vergelijkbare PBX met HMX, dan blijken de nieuwe composities goede resultaten te leveren. Hierdoor zou de gevoeligheid voor een DDT-overgang lager moeten zijn dan voor de referentie. Helaas is er nog te weinig ervaring met de Friability-test en zou dit nog uitvoerig getest moeten worden.

Uit de SCB-testen blijkt dat, bij een opwarmsnelheid van 0,05 °C/s, niet veel verschil bestaat in de gevoeligheid voor een thermische stimulus voor de oude en nieuwe composities. Wel blijken de nieuwe compositie bij een lagere temperatuur te reageren.

De Gap-test toont aan dat de gevoeligheid voor schok van de nieuwe composities niet wezenlijk verandert ten opzichte van de oude composities. Blijkbaar wordt de gevoeligheid meer bepaald door het gebruikte type RDX dan door het type binder.

Een eerste begin, om de mechanische eigenschappen van RDX-PBX'en te verbeteren en hiermee de gevoeligheid voor de verschillende stimuli te verlagen, is gemaakt. In het kader van dit project is er echter nog geen optimale verhouding tussen de verschillende componenten gevonden. Een optimalisatie van de HTPB/TMHD/IPDI-verhouding zal wellicht betere resultaten opleveren. Ook de toepassing van een zogenaamde 'bonding agent' kan wellicht verbetering in de mechanische eigenschappen opleveren waardoor de resultaten in de verschillende testen wellicht zullen verbeteren ten opzichte van de referentie PBX.

## Samenvatting

De gevoeligheid van explosieve stoffen voor verschillende soorten stimuli wordt sterk beïnvloed door de mechanische eigenschappen van het energetisch materiaal. Uit resultaten van de uniaxiale treksterkteproef en eerste resultaten van de Friability-test blijkt dat de huidige kruiden en springstoffen, die gemaakt worden op het TNO Prins Maurits Laboratorium (TNO-PML) op basis van een HTPB-binder, van minder kwaliteit zijn dan verwacht. Uit de literatuur blijkt dat door toevoeging van zogenaamde ketenverlengers in de bindercompositie deze mechanische eigenschappen sterk verbeterd kunnen worden. Dit rapport beschrijft het onderzoek naar de verbetering van de mechanische eigenschappen van HTPB PBX'en. De nieuw ontwikkelde PBX'en, met toevoegingen van een ketenverlengers TMHD, zijn getest en vergeleken met de oude typen PBX'en. De PBX'en zijn getest op brosheid, schokgevoeligheid en een thermische stimulus. Tevens zijn de mechanische eigenschappen van de nieuwe composities bepaald. Uit het onderzoek blijkt dat de mechanische eigenschappen van de nieuwe composities sterk veranderen ten opzichte van de oude PBX'en. Deze zijn stijver, sterker en hebben bij kamertemperatuur een hogere rek. De rek bij -40 °C laat hierbij nog te wensen over. De gevoeligheid op de schok- en temperatuurstimulus wordt hierdoor niet beïnvloed. Het gedrag in de Friability-test is daarentegen wel verbeterd. Om tot betere resultaten te komen zal naar een optimale compositie van de verschillende componenten gezocht moeten worden en zal de invloed van een 'bonding agent' overwogen kunnen worden.

## Inhoud

Managementuittreksel .....	2
Samenvatting .....	4
1      Inleiding .....	6
2      De testmethoden.....	8
2.1      Inleiding.....	8
2.2      Korte beschrijvingen van de testen.....	8
3      Resultaten.....	13
3.1      Aanmaak van de PBX'en.....	13
3.2      Testresultaten.....	14
4      Conclusies .....	19
5      Referenties .....	21
6      Ondertekening .....	23

## 1 Inleiding

Voor de ontwikkeling van Minder-Kwetsbare Munitie (MKM) is de toepassing van minder-gevoelige springstoffen en kruiten van groot belang. Algemeen wordt de gevoeligheid explosieve stoffen sterk beïnvloed door de mechanische eigenschappen van het materiaal. Zo wordt de gevoeligheid van het explosieve stof voor onder andere schokinitiatie, kogel-/scherfinslag (XDT), DDT en opwarming (Cook-off) in hoge mate bepaald door zijn mechanische eigenschappen [1].

Uit mechanische testen en de eerste resultaten van de Friability-test blijkt dat de mechanische eigenschappen van de op het TNO Prins Maurits Laboratorium (TNO-PML) ontwikkelde kruiten en PBX'en, minder goed zijn dan verwacht [2]. De gebruikte HTPB-binder in combinatie met andere factoren, zoals de hoeveelheid weekmaker, het percentage vaste stof en de gebruikte verdeling van de deeltjesgrootte, bepalen in hoge mate de mechanische eigenschappen van de uiteindelijke HTPB-compositie. Aangenomen wordt dat de bindercompositie van deze kruiten en PBX'en nog niet optimaal gekozen is.

In de bestaande HTPB-composities worden de korrels energetisch materiaal omgeven door een kunststofbinder zodat de materialen beschermd worden tegen bijvoorbeeld mechanische invloeden. De korrels worden als het ware ingesloten door lange ketens van de HTPB-polymeren die via een het IPDI aan elkaar gebonden worden. Uit de literatuur [3] blijkt dat door toevoeging van 2 tot 2,5 mol van een zogenaamde ketenverlenger per mol HTPB, de mechanische eigenschappen van het bindersysteem verbeterd kunnen worden. Uit treksterktemetingen is namelijk gebleken dat door toevoeging van TMHD (Trimethyl-hexaandiol) als ketenverlenger een binder circa driemaal zo sterk en de rek minstens vijfmaal zo groot wordt dan in een binder zonder ketenverlenger. Voor een binder gevuld met RDX, met een vaste stofgehalte van 78%, vallen deze waarden lager uit maar kan toch met een verbetering van een factor 1,5 tot 2 gerekend worden. De toevoeging van een weekmaker als IDP zal eveneens de treksterkte en rekgrens van het bindersysteem beïnvloeden.

In het kader van de opdracht A95KL483 is onderzoek verricht aan de verbetering van de mechanische eigenschappen van de bestaande HTPB-composities door toepassing deze ketenverlengers. De nieuwe composities zijn onderworpen aan vier verschillende testen, een mechanische-sterkte test, de Friability-test, de Gap-test en de TNO-SCB-test. De uniaxiale trekproef of drukproef dient om de mechanische eigenschappen vast te leggen, de Friability-test om het brandgedrag na beschadiging te bepalen, de TNO-Gap-test om de schokgevoeligheid te bepalen en de TNO-SCB-test om na te gaan hoe de stof reageert op een thermische belasting. In hoofdstuk 2 wordt kort aangegeven wat de relatie tussen de testen is en waarom deze testen uitgevoerd zijn, tevens wordt een korte beschrijving van de testen

gegeven. De aanmaak van de composities en de testresultaten worden in hoofdstuk 3 beschreven. In hoofdstuk 4 wordt het overzicht van de conclusies gegeven.



## 2 De testmethoden

### 2.1 Inleiding

Algemeen blijkt dat de testen die bij classificatie van kruiden de meeste problemen opleveren de slow Cook-off en kogel-/scherfinslag zijn. Voor explosieve stoffen en munitie systemen zijn sympathische detonatie en gevormde ladingen eveneens zware testen [4, 5, 6, 7, 8]. De gevoeligheid van kruiden en explosieve stoffen voor deze testen is in het algemeen terug te voeren op de gevoeligheid van de stof voor een mechanische of een thermische impuls. Vaak eindigen deze testen in een detonatie ten gevolge van een schokinitiatie of een deflagratie-detonatieovergang (XDT/DDT). Het XDT/DDT-proces wordt versterkt door scheurvorming van het energetisch materiaal waardoor drukgolven opgebouwd en versterkt worden. De kans op scheurvorming is afhankelijk van de mechanische eigenschappen van het materiaal. Vandaar dat de mechanische eigenschappen een grote invloed hebben op de gevoeligheid van een explosieve stof voor de verschillende stimuli.

Uit de literatuur [9] blijkt dat met de Friability-test bepaald kan worden of een materiaal in een DDT-tube-test DDT-gedrag kan vertonen. Indien het materiaal zo bros is dat het na beschadiging (impact op een staalplaat) in de 'closed vessel' een te hoge brandsnelheid bezit ( $dp/dt > 15 \text{ MPa/ms}$ ), dan bestaat een grote kans dat het materiaal een DDT-reactie vertoont in een DDT-tube-test. De mate van beschadiging bij de impact is afhankelijk van de mechanische eigenschappen van het materiaal en beïnvloedt wederom de response van het materiaal.

Daar de kogel-/scherfinslag momenteel niet eenvoudig op het TNO-PML te realiseren is, is ter vervanging voor kleinschalige testen gekozen. Er is gekozen voor een mechanische uniaxiale treksterkteproef en een Friability-test om het brandgedrag na impact vast te stellen. Naast deze twee testen wordt de schokgevoeligheid van het materiaal bepaald met de TNO-Gap-test. Als laatste wordt het Cook-off gedrag van het materiaal met de TNO-PML SCB-test bepaald. In de volgende paragraaf worden de vier testen kort beschreven.

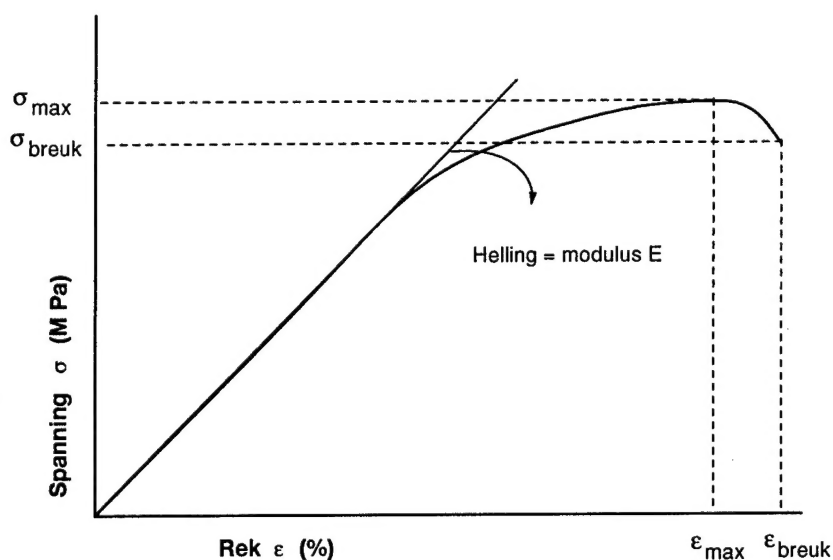
### 2.2 Korte beschrijvingen van de testen

#### 2.2.1 Mechanische testen

##### *De uniaxiale trekproef*

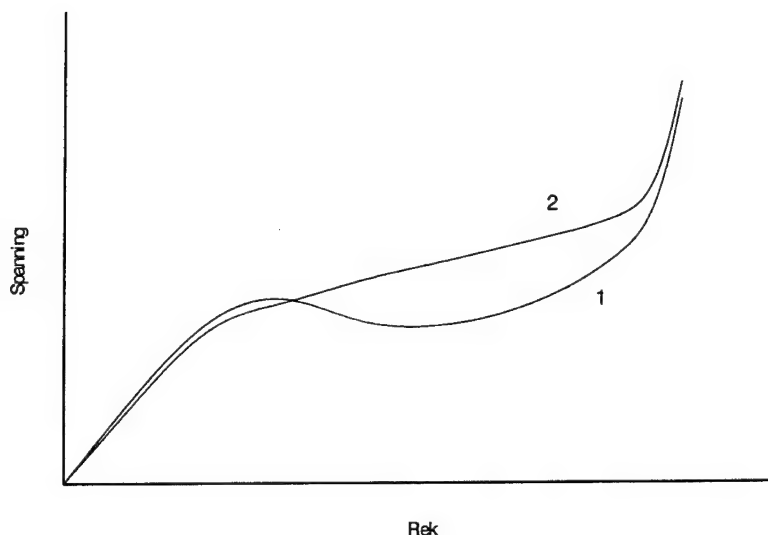
Met de uniaxiale treksterktetest [10] kunnen de mechanische eigenschappen van materialen bepaald worden. Hierbij wordt een gepreconditioneerd testsample van de te testen stof in een trekbank gezet. Vervolgens wordt een testsample met

constante snelheid uit elkaar getrokken (reksnelheid) en de kracht die op de trekstaaf uitgeoefend wordt geregistreerd. Het testsample bevindt zich tijdens de test in een temperatuur- en vochtgeconditioneerde kamer. Op deze wijze worden de mechanische eigenschappen bij de ingestelde temperatuur en deformatiesnelheid gemeten. De trekbank is verbonden met een computergestuurd data-acquisitiesysteem. Uit deze gegevens worden de maximale spanning en rek, de breukspanning en -rek en de elasticiteitsmodulus afgeleid.



Figuur 1: Spannings-rek kromme van een visco-elastisch materiaal.

Een spanning-rek (stress-strain) kromme van een visco-elastisch materiaal is in figuur 1 weergegeven. In deze grafiek zijn alle karakteristieke waarden aangegeven; de maximale rek  $\epsilon_{\max}$  met bijbehorende maximale spanning  $\sigma_{\max}$ , de breukrek  $\epsilon_{\text{breuk}}$  met bijbehorende breukspanning  $\sigma_{\text{breuk}}$  en de maximale helling van de raaklijn aan de curve, de elasticiteitsmodulus E. Typische waarden van de huidige PBX'en voor de maximale rek en breuk zijn respectievelijk 0,6 - 0,9 MPa en 10 - 15% [11]. De elasticiteitsmodulus E ligt rond de 15 MPa bij de huidige PBX'en. Een 'goede' waarde voor E moet tussen de 4 en 10 MPa liggen, terwijl de bijbehorende sterkte en rek rond de 1,0-1,5 MPa en respectievelijk 25% of hoger dienen te liggen [11]. Omdat de meeste kruiden visco-elastische eigenschappen bezitten, mechanische eigenschappen die van de reksnelheid en temperatuur afhangen, worden standaard de testen bij de temperaturen -40, 20 en 60 °C uitgevoerd. De standaard reksnelheid bedraagt 50 mm/min. Al naar gelang de toepassing van materiaal kan ook bij andere temperaturen en met andere reksnelheden gemeten worden.



Figuur 2: Mogelijke spannings-druk krommen van visco-elastische materialen.

#### De drukproef

Indien het niet mogelijk is om een trekstaaf te gieten is het mogelijk een drukproef uit te voeren met een klein sample. In deze test wordt in plaats van het uittrekken, het materiaal in elkaar gedrukt. Hiervoor dient de trekbank omgebouwd te worden tot een drukbank. Bij deze meting wordt bij indrukking van de cilinder (negatieve rek) de spanning gemeten. In figuur 2 zijn twee typische curven van drukproeven met PBX'en gegeven. In de curve 1 wordt nadat de maximale spanning bereikt is de spanning kleiner bij toenemende rek en is een duidelijk minimum te zien. Na het bereiken van dit lokale maximum begint het materiaal in sterkte af te nemen ten gevolge van scheurvorming. In de curve 2 is dit minimum niet te zien en bereikt de spanning ook geen lokaal maximum. De spanning vlakt af en vervolgt een rechte lijn tot de curve weer steil oploopt bij verregaande comprimering van het materiaal. Er treedt echter geen bezwijkgedrag op. Het ombuigpunt is een maat voor het structurele gedrag van het materiaal en wordt het  $\rho$ -punt genoemd. Hierna treedt een soort plastische vloeit met 'strain hardening' op. In dit gebied verandert de interne structuur van het materiaal maar blijft de sterkte van de binder toch behouden. Aan de hand van de curven wordt de E-modulus, de spanning en rek bij het  $\rho$ -punt bepaald. Indien het sample niet inscheurt wordt tevens de spanning bij een maximale rek (negatief) van 60% bepaald. De waarden van de maximale rek zijn niet zonder meer te vergelijken met een trekproef. Indien het sample voor het behalen van een maximale rek van 60% scheurt, kan de maximale rek van een trekproef ingeschat worden door de maximale 'rek' bij een drukproef door 1,7 te delen. [11]

#### 2.2.2 Friability-test

De uitvoering van de Friability-test bestaat uit twee fasen. In de eerste fase wordt een testmonster met een massa van 9,0 g met een snelheid van 150 m/s tegen een stalen plaat geschoten. In de tweede fase wordt in een aangepaste 'closed vessel'

test de maximale drukstijging bij de verbranding van het testmonster bepaald. In de volgende paragrafen worden beide testen kort beschreven.

#### *Het gaskanonexperiment*

Het gaskanon bestaat uit een gastank gemonteerd tussen twee gaskleppen, gekoppeld aan een loop. De loop heeft een binnendiameter van  $18,35 \pm 0,05$  mm en is van binnen gehoond om de wrijving tussen het projectiel en de loop te verkleinen. Het testmonster (projectiel), met een diameter van 18 mm en een massa van  $9,0 \pm 0,1$  gram, wordt samen met een plastic sabot van 1 gram (18,35 mm) via de bunkerkant tot een bepaalde diepte (afhankelijk van de gewenste snelheid) in de loop ingebracht. Vanuit de controlekamer wordt de gastank vanuit een voorraad-luchtcilinder gevuld. Indien de druk in de tank de voorafingestelde druk (1,2 MPa) bereikt, wordt de luchttoevoer automatische gestopt.

Na deze voorbereidingen wordt het projectiel afgeschoten tegen een stalen plaat aan het einde van een PMMA opvangbuis. Voordat het projectiel de cilindrische opvangbuis van PMMA binnentreedt wordt door middel van twee optische sensoren de snelheid van het projectiel bepaald. Nadat het projectiel gestopt is, worden de resten van het testmonster verzameld en gewogen.

#### *Het 'closed vessel' experiment*

Indien de massa van de fragmenten na het gaskanonexperiment minimaal 8,8 gram bedraagt is het testmonster geschikt voor een test in de 'closed vessel'. In deze test, met een volume van ongeveer 130 cc, wordt het sample verbrand en de druk als functie van de tijd geregistreerd (Kistler 6211, 0 - 750 MPa). Na de test worden de druk-tijd data gefilterd en maximale afgeleide van de druk berekend. Deze waarde correspondeert met de impactsnelheid van het projectiel bij het gaskanonexperiment. Volgens de UN-manual [12] testbeschrijving geldt dat indien bij een snelheid van 150 m/s, de maximale drukstijging in het 'closed vessel' experiment groter is dan 15 MPa/ms, de teststof géén EIDS-kandidaat is.

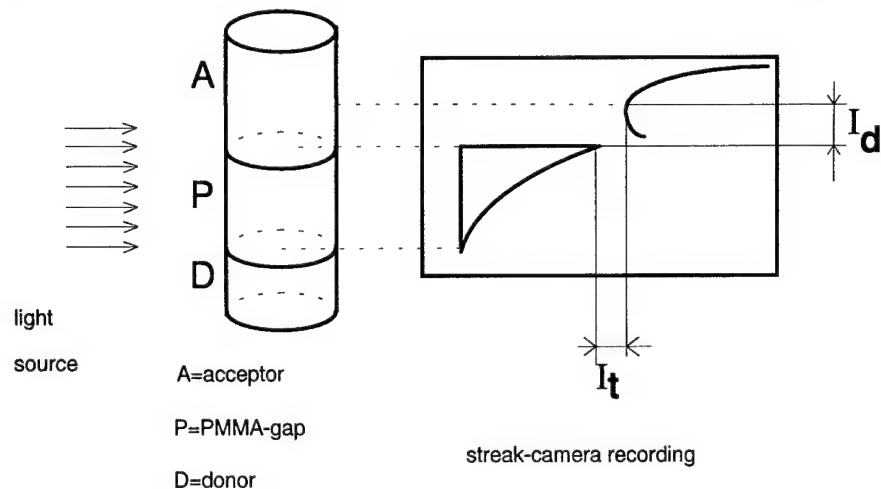
### **2.2.3 TNO-SCB-test**

The TNO-PML SCB-test [13] is een verbeterde versie van de oude standaard UN-SCB-test. Een stalen vat met een wanddikte van 3 mm wordt gevuld met de te onderzoeken explosieve stof. Nadat het deksel met de teflon pakking aangebracht is, wordt het vat via vier draadstangen met bijbehorende moeren vastgeklemd tussen twee stalen platen van 12 mm dikte. Een regel-thermokoppel bevindt zich aan de buitenkant van het vat tussen de klemmen van het middelste van de drie bandverwarmingselementen. De drie bandverwarmingselementen van elk 400 watt bij 240VAC, zorgen voor de opwarming van het testobject. Het is mogelijk om via een 'thermolock' in de deksel een tweede thermokoppel in het binnenste van het vat in te brengen. Na de assemblage wordt het geheel in een explosiebunker geplaatst en worden de voedings- en thermokoppelkabels op de apparatuur aangesloten.

De voeding naar de bandverwarmingselementen wordt geregeld via een programmeerbare temperatuurcontroller die aan de hand van de teruggekoppelde temperatuur de voeding voor het gewenste temperatuurtraject kan bepalen. Voor deze serie experimenten is de controller ingesteld op de standaard opwarmingssnelheid van  $3\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . Het vat wordt met deze snelheid opgewarmd totdat een explosie optreedt. De temperatuur wordt als functie van de tijd gemeten, zichtbaar gemaakt en opgeslagen door een computergestuurd data-acquisitiesysteem. Standaard worden de experimenten in tweevoud uitgevoerd. Aan de hand van de verscherving van het vat en de getuigenplaten kan bekeken worden hoe de response van de explosieve stof op de thermische stimulus is.

#### 2.2.4 TNO-Gap-test

Deze initiatiemeting wordt gebruikt om de schokgevoeligheid van explosieve stoffen te bepalen. Hierbij wordt met een geijkte springstoflading (de donor D in figuur 3) een schokgolf gegenereerd, die vervolgens door een verzwakkend medium loopt (P in figuur 3) waardoor de schokgolf in amplitude afneemt. Vervolgens zal de schokgolf inwerken op de te onderzoeken explosieve stof (de acceptor A in figuur 3). Afhankelijk van de lengte van het PMMA zal de druk afnemen. Met behulp van een zogenaamde streakcamera is het mogelijk de schokgolf die door het transparante PMMA loopt te volgen totdat deze in gaat werken op de acceptor (de te testen explosieve stof). Het moment dat de schokgolf het PBX treft is het tijdstip  $t = 0$ . Na een initiatietijd  $I_t$  wordt de explosieve stof P geïnitieerd. De bijbehorende afstand wordt de initiatieafstand  $I_d$  genoemd (zie figuur 3).



Figuur 3: Schematische opstelling van de TNO-Gap-test.

Door de dikte van het PMMA Gap (verzwakker) te variëren, wordt de druk die de te onderzoeken stof ondervindt gevarieerd. Op deze wijze kan de initiatieafstand als functie van de druk bepaald worden. Als donorlading wordt geperst Hexocire (95% RDX, 4,5% was en 0,5% grafiet) gebruikt. De donor bestaat uit twee aan elkaar bevestigde Hexocire-patronen met een diameter van 50 mm een hoogte van 25 mm en een dichtheid van  $1,54\text{ g}/\text{cm}^3$ .

### 3 Resultaten

#### 3.1 Aanmaak van de PBX'en

Om binnen het tijdsbestek van de projectduur tot een optimale verbinding te komen zijn de volgende stappen voor de aanmaak van de PBX'en doorlopen.

- Op pillenpotschaal zijn vier type bindercomposities gemaakt met de componenten HTPB (prepolymeer), IPDI (harder) en TMHD (ketenverlenger). Deze vier composities, met een verhouding van 2,5 mol TMHD op 1 mol HTPB, hadden een weekmakerspercentage van 0, 10, 20 en 30% IDP. Van deze composities zijn de mechanische eigenschappen door middel van compressietesten bepaald. De resultaten van deze compressietesten zijn vergeleken met een referentie HTPB/IPDI-binder.
- Na de bindertesten is in een kleine menger een PBX (RU 117) aangemaakt met HTPB/TMHD/IPDI met een vaste stofgehalte van 85%. Het doel van deze batch was de verwerkbaarheid van het mengsel bij een IDP-gehalte van 10% te testen en het rheologische gedrag (fysisch gedrag dat viscositeit/plasticiteit en responsie bij bepaalde type belastingen beschrijft) te meten. Na het afmengen bleek de compositie droog en plakkerig te zijn zodat deze niet gietbaar was. Aan de compositie is vervolgens nog meer IDP toegevoegd waardoor het vaste stofgehalte iets zakt. Toch bleef de verwerkbaarheid slecht. De conclusie was dat de verwerkbaarheid van een compositie met een vaste stofgehalte van 85% redelijk slecht is.
- Na deze batch zijn er verschillende PBX'en in de kleine menger aangemaakt. Het doel van deze testen was wederom om het rheologisch gedrag te bepalen en na te gaan wat het maximaal toe te passen vaste stofgehalte bedraagt bij een bepaald gehalte IDP. Uit dit proces is gebleken dat bij een vaste stofgehalte van 82% en een IDP-gehalte van 10% de compositie al niet meer gietbaar is. Met een gehalte van IDP van 15% bleek bij 81,2% vaste stofgehalte de compositie droog en matig gietbaar te zijn. Bij 30% IDP en een vaste stofgehalte van 78% was de compositie goed gietbaar.
- Er is in deze fase een compositie in de grote menger gemaakt (RU 119) met een vaste stofgehalte van 80% en 15% IDP. De grotere items zoals het SCB-vat waren goed gietbaar terwijl de kleinere items, als de mallen voor de trekstaven en de Gap-test, slecht gietbaar waren.
- In de laatste fase is een PBX (RU120) gemaakt met een vaste stofgehalte van eveneens 80% en een IDP-gehalte van 30%. Deze compositie was dunner en beter gietbaar.

In tabel 1 is het overzicht gegeven van de verschillende componenten in de uiteindelijke composities. De testen zijn zo veel mogelijk vergeleken met de referentie RU-81 met een vaste stofgehalte van 85%. Aanvankelijk was het de bedoeling dat

de nieuwe PBX'en eveneens een vaste stofgehalte van 85% te geven. Helaas was dit, vanwege de verwerkbaarheid, niet mogelijk. Eveneens waren er voor de Friability-test geen gegevens van RU81 beschikbaar. Daarom zijn de gegevens vergeleken met de standaard HU-28, een PBX met eenzelfde bindercompositie en vaste stofgehalte, maar met HMX als explosieve stof.

Tabel 1: Overzicht van de ingrediënten van de geteste RDX-PBX'en.

Component	RU 119	RU 120	RU 81 referentie
RDX (C)	52,8	52,8	56,1
RDX (E)	27,2	27,2	28,9
Lecithine	0,2	0,2	0,2
Flexzone 6H	0,01	0,008	0,01
IDP (% van binder)	3,076 (15%)	5,94 (30%)	4,5 (40,4%)
TMHD	1,682	1,394	-
HTPB R45-HT	11,533	9,557	9,06
IPDI	3,499	2,9	0,1
Dantocol DHE	-	-	0,1

## 3.2 Testresultaten

### 3.2.1 Mechanische testresultaten

Vanwege de verwerkbaarheid zijn voor RU119 alleen drukproeven uitgevoerd. Voor de RU 120 zijn zowel trek- als drukproeven uitgevoerd. Deze zijn vergeleken met de referentie en met een RU102, een PBX met een iets andere deeltjesverhouding maar met een vaste stofgehalte van eveneens 85%. Voor deze RU102 zijn echter trekproeven bij verschillende temperaturen uitgevoerd.

In figuur 4 is een overzicht van spannings-rek krommen te vinden. In deze figuur stelt de kromme 1 de spannings-rek kromme van een standaard PBX voor. Door toevoeging van een extra hoeveelheid weekmaker zal het materiaal meer rek vertonen en wordt een kromme als nummer 2 gevonden. Indien de hoeveelheid weekmaker verminderd wordt wordt een kromme als nummer 3 gevonden waarbij de stijfheid en de sterkte groter zijn. Gewenst is echter een materiaal met meer sterkte én meer rek zoals kromme 4. Door de toepassing van een ketenverlenger zou dit bereikt moeten worden. Helaas was de compositie nog niet optimaal en werd er een kromme als bij nummer 5 gemeten.

Tabel 2: Resultaten van de drukproeven.

	E-modulus	$\sigma$ in p-punt	$\epsilon$ in p-punt	$\sigma$ bij 60% rek
RU119	45,4	2,41	7,75	9,39
RU120	14,88	0,54 <sup>1</sup>	3,5 <sup>1</sup>	8,50
RU81	28	3,6	18	-

Tabel 3: Resultaten van de trekproeven van de PBX RU120 met TMHD.

Temp. (°C)	E-modulus	$\sigma_{\max}$	$\epsilon_{\max}$	$\sigma_{\text{breuk}}$	$\epsilon_{\text{breuk}}$
-40	462,2	2,84	2,1	2,31	12,85
20	275	1,21	20,23	1,08	34,53
60	26,37	0,67	12,35	0,52	23,25

Tabel 4: Resultaten van de trekproeven van RU 102 zonder TMHD.

Temp. (°C)	E-modulus	$\sigma_{\max}$	$\epsilon_{\max}$	$\sigma_{\text{breuk}}$	$\epsilon_{\text{breuk}}$
-40	47,9	1,68	10,83	1,306	17,8
20	13,3	0,76	9,93	0,61	15,73
60	10,75	0,53	7,70	0,47	10,27

Tabel 5: Resultaten van de trekproeven met RU 81, de referentie.

Temp. (°C)	E-modulus	$\sigma_{\max}$	$\epsilon_{\max}$	$\sigma_{\text{breuk}}$	$\epsilon_{\text{breuk}}$
-40	-	-	-	-	-
20	8,2	0,68	16,1	~0,66	22,0
60	-	-	-	-	-

Voor RU102 en RU120 geldt dat bij oplopende temperatuur de elasticiteitsmodulus van hoog naar laag loopt. Wat bij RU120 opvalt is dat er een extreem verloop is van deze waarden en dat de waarden ver boven een normale modulus van 10 - 15 MPa bij 20 °C liggen. Hierdoor is het materiaal erg stijf. Kijkende naar de drukproefgegevens zal de E-modulus van de RU 119 voor een trekproef waarschijnlijk nog hoger liggen.

Een vergelijking van de treksterkten  $\sigma$  (maximaal en bij breuk) laat bij oplopende temperatuur eveneens een zelfde verloop als de PBX'en zonder TMHD zien. Echter, net als bij de E-modulus, zijn de waarden groter en is het verloop eveneens groter. De nieuwe PBX'en zijn hierdoor sterker en harder dan de oude PBX'en.

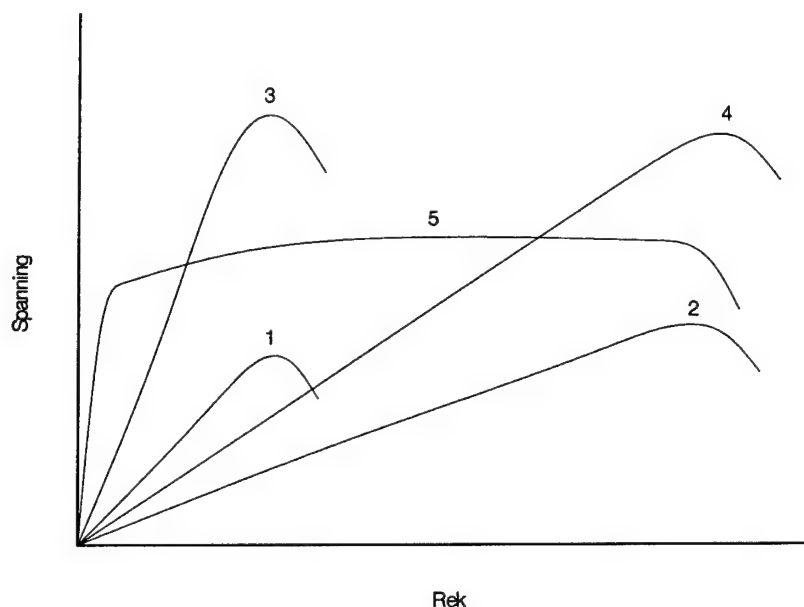
Het verloop van de waarden voor de rek  $\epsilon$  (maximaal en bij breuk) is echter verschillend van waarden van de PBX'en zonder TMHD. Bij de oude PBX'en wordt bij oplopende temperatuur de rek lager. Bij de PBX'en met TMHD is de rek bij

<sup>1</sup> Waarde niet goed eenduidig te bepalen.



kamertemperatuur verreweg het grootst en redelijk goed maar neemt deze extreem af bij lage temperatuur.

Een verschil in de resultaten voor de E-modulus van de druk- en trekproeven van RU120 wordt niet goed begrepen en verder onderzoek zal hiervoor gewenst zijn.



Figuur 4: Overzicht van spannings-rek krommen.

### 3.2.2 Resultaten van de Friability-test

Tabel 6: Testresultaten van de Friability-test.

Sample	Snelheid	Max. druk	dP/dt max
RU119-FT101	154,8	54,8	2,2
RU119-FT103	168,3	57,6	3,2
RU120-FT111	154,7	44,3	5,8
RU120-FT112	166,4	50,0	10,6
HU 28	104,0	73,5	7,7

In tabel 6 is een overzicht van de resultaten van de Friability-test te zien. Er is voor de nieuwe PBX'en een aantal schoten bij verschillende snelheden uitgevoerd waardoor elke test een eigen FT-nummer bezit. Ondanks de verbeterde eigenschappen bij 20 °C werden de samples toch in brokken opgedeeld en waren de brokstukken moeilijk terug te vinden. Wel is gebleken dat het opsplitsen bij hogere snelheid optreedt dan bij eerder uitgevoerde testen met een met RU81 vergelijkbare HMX-PBX HU28 met een HTPB/IPDI-binder. Verder is het duidelijk dat bij toenemende snelheid in het gaskanon de drukafgeleide in de 'closed vessel' test, zoals verwacht, eveneens toeneemt. De RU 119 die ten opzichte van de RU120 duidelijk stijver, sterker en taaier is geeft een lagere drukafgeleide in de 'closed vessel' test.

### 3.2.3 Resultaten van de TNO-SCB-test

Tabel 7: Testresultaten van de SCB-test.

	RU119		RU120		RU81	
	Temp. (°C)	heftigh.	Temp. (°C)	heftigh.	Temp. (°C)	heftigh.
test 1	195,5	T5/6	195,5	T5/6	201	T5/6
test 2	197,2	T5	199,9	T6	206 <sup>2</sup>	T6

In tabel 7 is het overzicht van de resultaten van de SCB-testen te vinden. Ten opzichte van de referentie ligt de explosietemperatuur iets lager. Of dit het resultaat is van de toevoeging van de ketenverlenger is nog niet duidelijk. De heftigheid van de reactie ligt in de zelfde grootteorde. Bij de constatering dat RU119 iets heftiger lijkt te reageren dan RU120 en RU81 moet de kanttekening gezet worden dat een tweetal testen slechts een indicatie zijn en geen uitsluitsel geven.

### 3.2.4 Resultaten van de Gap-test

Tabel 8: Resultaten van de Gap-test van RU81 (referentie).

Gap (mm)	Druk(GPa)	ld(mm)	it (us)
30	4,95	9,35	3,65
32	4,62	10,41	4,2
35	4,16	15,28	5,36
37	3,87	17,03	6,67

Tabel 9: De resultaten van de Gap-test van RU120.

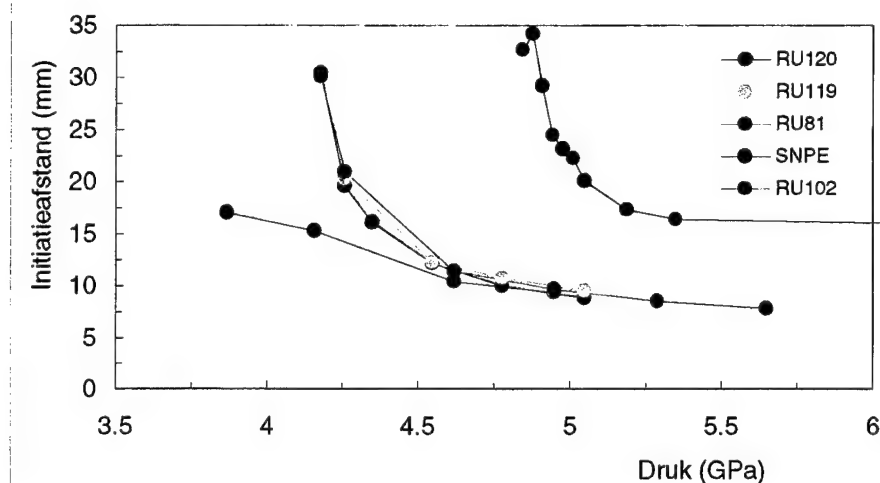
Gap (mm)	Druk(GPa)	ld(mm)	it (us)
30	5,05	8,862	3,676
32	4,78	9,989	4,168
34	4,55	12,18	4,856
36	4,35	16,09	6
37	4,26	19,625	7,083
38	4,18	30,44	10,126

Tabel 10: De resultaten van de Gap-test van RU119.

Gap (mm)	Druk(GPa)	ld(mm)	it (us)
30	5,05	9,558	3,89
32	4,78	10,778	4,36
34	4,55	12,29	4,49
37	4,26	20,29	7,41

2 Temperatuur inwendig gemeten.

In de tabellen 8, 9, 10 is het overzicht te vinden van de resultaten van de Gap-testen met de nieuwe compositie ten opzichte van de referentie. In figuur 5 is deze grafisch weergegeven. In deze grafiek zijn tevens de gegevens van RU102 en een SNPE PBX uitgezet. De resultaten van de Nederlandse PBX'en ontlopen elkaar niet zoveel. De nieuwe PBX'en zijn iets ongevoeliger voor schokinitiatie maar dit verschil kan verklaard worden door het verschil in vaste stofgehalten, 80 en 85%. Een duidelijker verschil is te zien tussen het Nederlandse en het Franse PBX. Dit verschil is meer te wijten aan het verschil in het gebruikte RDX dan aan de binder. Testen met PBX'en met RDX geleverd door SNPE met een Franse en een Nederlandse binder wijzen uit dat er geen verschil in schokinitiatie waargenomen wordt bij de verschillende bindercomposities.



**Figuur 5:** Een grafisch overzicht van de Gap-testresultaten. Naast de nieuwe PBX'en met TMHD en de referentie PBX RU81 zijn ook de SNPE en een andere PBX RU102 met een vaste stofgehalte van 85% weergegeven.

## 4 Conclusies

Er is een aantal batches met binders en explosieve composities gemaakt met RDX/HTPB/IPDI, de ketenverlenger TMHD en verschillende percentages weekmaker (IDP). Bij menging was reeds duidelijk dat door de toevoeging van de ketenverlenger de eigenschappen van de PBX'en veranderen. Bij een vaste stofgehalte van 85% was de compositie niet meer verwerkbaar. Bij de toevoeging van 15 procent weekmaker (IDP) en een vaste stofgehalte van 80% was de compositie nog net verwerkbaar. Twee PBX-composities met een vaste stofgehalte van 80% en respectievelijk 15 en 30% weekmaker (IDP) zijn getest.

Uit de mechanische testen blijkt dat de mechanische eigenschappen sterk verschillen van de referentie PBX, RU81, zonder TMHD. De stijfheid en de sterkte zijn toegenomen, maar de nieuwe composities zijn erg stijf ten opzicht van de referentie. Hoe dit uitwerkt op de verschillende testen is ook nog niet volledig duidelijk. De rek van compositie RU120 met 30% weekmaker (IDP) had bij kamertemperatuur eveneens een zeer goede rek maar de rek liet het bij -40 °C afweten. Dit zal voor het stijvere PBX RU119 nog sterker gelden. Helaas konden van deze PBX geen trekstaven gemaakt worden door de slechtere verwerkbaarheid van deze compositie.

Op het eerste gezicht blijken de hogere stijfheid en sterkte een goede invloed te hebben op de resultaten in de Friability-test. Helaas zijn voor de referentiecompositie RU81 nog geen waarden uit de Friability-test beschikbaar. Worden de waarden echter vergeleken met resultaten van een vergelijkbare PBX met HMX, dan blijken de nieuwe composities goede resultaten te leveren. Hierdoor zou de gevoeligheid voor een DDT overgang lager moeten zijn dan voor de referentie. Helaas is er nog te weinig ervaring met de Friability-test en zou dit nog uitvoerig getest moeten worden.

Uit de SCB-testen blijkt dat, bij een opwarmingsnelheid van 0,05 °C/s, niet veel verschil bestaat in de gevoeligheid voor een thermische stimulus voor de oude en nieuwe composities. Wel blijken de nieuwe composities bij een lagere temperatuur te reageren.

De Gap-test toont aan dat de gevoeligheid voor schok van de nieuwe composities niet wezenlijk verandert ten opzichte van de oude composities. Blijkbaar wordt de gevoeligheid meer bepaald door het gebruikte type RDX dan door het type binder.

Een eerste begin, om de mechanische eigenschappen van RDX-PBX'en te verbeteren en hiermee de gevoeligheid voor de verschillende stimuli te verlagen, is gemaakt. In het kader van dit project is er echter nog geen optimale verhouding tussen de verschillende componenten gevonden. Een optimalisatie van de HTPB/TMHD/IPDI-verhouding zal wellicht betere resultaten opleveren. Ook de

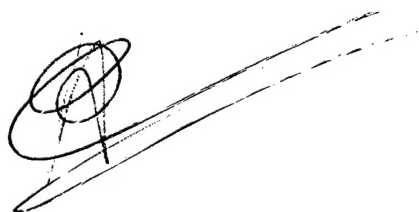
toepassing van een zogenaamde 'bonding agent' kan wellicht verbetering in de mechanische eigenschappen opleveren waardoor de resultaten in de verschillende testen wellicht zullen verbeteren ten opzichte van de referentie PBX.

## 5 Referenties

- [1] Ho, S.Y.; Ferschl, T. en Foureur, J.,  
'Correlation of Cook-off behaviour of rocket propellants with thermomechanical and thermochemical properties',  
Rapport MRL-TR-93-15.
- [2] Scholtes, J.H.G. en Meer, B.J. van der,  
'The construction of the Friability test at TNO-PML',  
TNO-PML conceptrapport, november 1995.
- [3] Atochem brochure no PBD 100/01.
- [4] Comfort, T.F.; Dillman, L.G.; Hartman, K.O., Mangum, M.G. en Steckmann, R.M.,  
'Insensitive HTPE propellants',  
Gepresenteerd op het IM Tech. symp. 1996, San Diego, USA.
- [5] Tosello, Robert; Solve, Gérard; Pelestor, Fabrice; Baduel, Luc en Mehaddi, Mohamed,  
'Sympathetic detonation of large caliber shaped charges',  
Gepresenteerd op het IM Tech. symp. 1996, San Diego, USA.
- [6] Grave, A.; Garnero, P.; Miermont, H. en Quérol, G.,  
'Intumescent coating benefit for rocket motor thermal protection',  
Gepresenteerd op het IM Tech. symp. 1996, San Diego, USA.
- [7] Pascal, Sylviane; Grave, Alain; Berthet, Didier en Miermont, Henri,  
'Thermally initiated venting system of a rocket motor subject to a fuel fire',  
Gepresenteerd op het IM Tech. symp. 1996, San Diego, USA.
- [8] Brown, C.J.; Francey, D.M.; Maxey, I.H.; Turner, D. en Whitehouse, A.,  
'Insensitive munitions aspects of rocket motor and warhead',  
Gepresenteerd op het IM Tech. symp. 1996, San Diego, USA.
- [9] Belanger, C.,  
'CX-84A: An explosive with low vulnerability characteristics to unplanned stimuli',  
Valcartier, Defence Res. Est., maart 1995, DREV-R-9408.
- [10] 'Description of tests used for the qualification and documentation of explosive materials for military use',  
'Uniaxial Tensile Test Procedure' van de AOP7 Annex 1 vol. 7 section 102.01 Appendix D, oktober 1991.

- [11] Keizers, H.,  
Persoonlijke communicatie, TNO-PML 1995.
- [12] 'Recommendations on the transport of dangerous goods; Tests and Criteria',  
Second edition, ST/SG/AC.10/11/rev.1, United nations, New York, 1990.
- [13] Scholtes, J.H.G. en Meer, B.J. van der,  
'Investigation onto the improvement of the Small-scale Cook-off Bomb  
(SCB)',  
TNO-rapport PML 1994-A44, augustus 1994.

## 6 Ondertekening

A handwritten signature consisting of a circular loop followed by a long, sweeping horizontal stroke.

Dr. A.C. van der Steen  
Projectleider/Groepshoofd

A handwritten signature with a large, stylized 'S' and 'H' followed by a horizontal stroke.

Ir. J.H.G. Scholtes  
Auteur

---



# REPORT DOCUMENTATION PAGE

## (MOD-NL)

1. DEFENCE REPORT NO. (MOD-NL) TD97-0282	2. RECIPIENT'S ACCESSION NO.	3. PERFORMING ORGANIZATION REPORT NO. PML 1997-A55
4. PROJECT/TASK/WORK UNIT NO. 221495224	5. CONTRACT NO. A95KL483	6. REPORT DATE December 1997
7. NUMBER OF PAGES 23 (excl. RDP & distribution list)	8. NUMBER OF REFERENCES 13	9. TYPE OF REPORT AND DATES COVERED Final
10. TITLE AND SUBTITLE Onderzoek naar de variatie van mechanische eigenschappen van HTPB PBX'en [Variation of the mechanical properties of HTPB PBX's]		
11. AUTHOR(S) Ir. J.H.G. Scholtes		
12. PERFORMING ORGANIZATION NAME(S) AND ADDRESS(ES) TNO Prins Maurits Laboratory, P.O. Box 45, 2280 AA Rijswijk, The Netherlands Lange Kleiweg 137, Rijswijk, The Netherlands		
13. SPONSORING AGENCY NAME(S) AND ADDRESS(ES) DMKL, Afdeling Munitie, Postbus 90822, 2509 LV The Hague, The Netherlands		
14. SUPPLEMENTARY NOTES The classification designation Ongerubriceerd is equivalent to Unclassified.		
15. ABSTRACT (MAXIMUM 200 WORDS (1044 BYTE)) Several compositions of HTPB based RDX-PBXs with TMHD were mixed. The compositions were tested in the SCB-test, the Friability test, the GAP-test and in the uni-axial tensile strength test. The results have been compared with a standard TNO-PML PBX RU81. No changes in sensibility in the SCB and GAP-test were noticed. The new compositions are stronger and have a higher E-modulus. At room temperature and 60 °C the maximum strain has improved. At -40 °C the strain is very low and also much lower than the reference material. However, the improved mechanical properties at room temperature have their influence in the Friability test. The pressure derivative in the closed vessel test were 2.3 and 5.8 MPa/ms at projectile velocity of about 150m/s. These values are much better than with a comparable HTPB-based PBX with a derivative of 7.68 at 100 m/s. The combination of the ingredients is not yet optimal and more research must be carried out to improve the mechanical properties of these new HTPB/TMHD/IPDI based PBXs. Also the use of a bonding agent could improve these properties.		
16. DESCRIPTORS HTPB PBX Mechanical properties Tests		IDENTIFIERS
17a. SECURITY CLASSIFICATION (OF REPORT) Ongerubriceerd	17b. SECURITY CLASSIFICATION (OF PAGE) Ongerubriceerd	17c. SECURITY CLASSIFICATION (OF ABSTRACT) Ongerubriceerd
18. DISTRIBUTION AVAILABILITY STATEMENT Unlimited Distribution		17d. SECURITY CLASSIFICATION (OF TITLES) Ongerubriceerd

### Distributielijst\*

- 1\*/2\* DWOO
- 3 DWOO
- 4 HWO-KL
- 5\* HWO-KLu
- 6\* HWO-KM
- 7\* HWO-CO
- 8 DMKL, Afdeling Munitie  
Ing. J.A. van Gool
- 9 Bureau TNO-DO
- 10\* Bureau TNO-DO, accountcoördinator KL
- 11/13 Bibliotheek KMA
- 14\* Lid Instituuts Advies Raad PML  
Prof. B. Scarlett, M.Sc.
- 15\* Lid Instituuts Advies Raad PML  
Prof. ir. K.F. Wakker
- 16\* Lid Instituuts Advies Raad PML  
BGen. Prof. J.M.J. Bosch
- 17 TNO-PML, Directie; daarna reserve
- 18 TNO-PML, Hoofd Divisie Munitietechnologie en Explosieveiligheid  
Ir. P.A.O.G. Korting
- 19/20 TNO-PML, Divisie Munitietechnologie en Explosieveiligheid, Groep Eigenschappen  
Energetische Materialen  
Dr. A.C. van der Steen en Ir. J.H.G. Scholtes
- 21 TNO-PML, Documentatie
- 22 TNO-PML, Archief

---

\* De met een asterisk (\*) gemerkte instanties/personen ontvangen uitsluitend de titelpagina, het managementuittreksel, de documentatiepagina en de distributielijst van het rapport.